

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-66607

(43)公開日 平成5年(1993)3月19日

(51)Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 3 G 9/08		7144-2H 7144-2H	G 0 3 G 9/ 08	3 7 4 3 7 1

審査請求 未請求 請求項の数2(全 8 頁)

(21)出願番号	特願平3-257197	(71)出願人	000001007 キャノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
(22)出願日	平成3年(1991)9月10日	(72)発明者	藤田 亮一 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キャ ノン株式会社内
		(72)発明者	岡戸 謙次 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キャ ノン株式会社内
		(74)代理人	弁理士 豊田 善雄 (外1名)

(54)【発明の名称】 トナー

(57)【要約】

【構成】 疎水化度が20～80%、粒径が0.01～0.2μmであり、水系中で脂肪酸化合物を加水分解しながら表面処理されたチタン微粒子を含有するトナー。

【効果】 種々の環境において長期にわたって安定した画像濃度、高画質の画像を提供することができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】疎水化度が20～80%、粒径が0.01～0.2 μ mであり、水系中で脂肪酸化合物を加水分解しながら表面処理されたチタン微粒子を含有することを特徴とするトナー。

【請求項2】チタン微粒子を鉄粉と摩擦帯電させた時、トナーとは逆極性に帯電することを特徴とする請求項1記載のトナー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、電子写真、静電記録、静電印刷等における静電荷像を現像するための乾式電子写真用カラー現像剤に関する。

【0002】

【従来の技術】静電手段によって光導電材料の表面に像を形成し現像することは従来周知である。

【0003】即ち米国特許第2,297,691号明細書、特公昭42-23910号公報及び特公昭43-24748号公報等、多数の方法が知られているが、一般には光導電性物質を利用し、種々の手段により感光体上に電氣的潜像を形成し、次いで該潜像上にトナーと呼ばれる極く微細に粉碎された検電材料を付着させることによって静電潜像に相当するトナー像を形成する。

【0004】次いで必要に応じて紙の如き画像支持体表面にトナーを転写した後、加熱、加圧或いは溶剤蒸気などにより定着し複写物を得るものである。またトナー画像を転写する工程を有する場合には、通常残余のトナーを除去するための工程が設けられる。

【0005】電氣的潜像をトナーを用いて可視化する現像方法は、例えば、米国特許第2,221,776号明細書に記載されている粉末雲法、同第2,618,552号明細書に記載されているカスケード現像法、同第2,874,063号明細書に記載されている磁気ブラシ法、及び同第3,909,258号明細書に記載されている導電性磁性トナーを用いる方法などが知られている。

【0006】これらの現像法に適用されるトナーとしては一般には熱可塑性樹脂に着色剤を混合分散後、微粉化したものが用いられる。熱可塑性樹脂としては、ポリスチレン系樹脂が最も一般的であるが、ポリエステル系樹脂、エポキシ系樹脂、アクリル系樹脂、ウレタン系樹脂等も用いられる。着色剤としてはカーボンブラックが最も広く使用され、また磁性トナーの場合は、酸化鉄系の黒色の磁性粉が多く用いられる。更に二成分系現像剤を用いる方式の場合には、これらトナーは通常ガラスビーズ、鉄粉などのキャリア粒子と混合されて用いられる。

【0007】上記に示される現像法を用い紙などの最終複写画像形成部材上に形成されたトナー像は、熱、圧力等により支持体上に永久的に定着される。従来より、この定着工程は熱によるものが多く採用されている。

【0008】またトナー画像を転写する工程を有する場合には、通常、感光体上の残余のトナーを除去するための工程が設けられる。

【0009】近年、複写機等においてモノカラー複写からフルカラー複写への展開が急速に進みつつあり、2色カラー複写機やフルカラー複写機の検討及び実用化も大きくなされている。例えば「電子写真学会誌」V.122, No. 1 (1983)や「電子写真学会誌」V.125, No. 1, P52 (1986)の如く色再現性、階調再現性の報告もある。

【0010】しかしテレビ、写真、カラー印刷物のように実物と直ちに対比されることはなく、また、実物よりも美しく加工されたカラー画像を見なれた人々にとっては、現在実用化されているフルカラー電子写真画像は必ずしも満足しうるものとはなっていない。

【0011】フルカラー電子写真法によるカラー画像形成は一般に3原色であるイエロー、マゼンタ、シアンの3色のカラートナーを用いて全ての色の再現を行うものである。

【0012】その方法は、先ず原稿からの光をトナーの色と補色の関係にある色分解光透過フィルターを通して光導電層上に静電潜像を形成させ、次いで現像、転写工程を経てトナーを支持体に保持させる。この工程を順次複数回行い、レジストレーションを合わせつつ、同一支持体上にトナーを重ね合わせた後、一回の定着によって最終のフルカラー画像を得る。

【0013】この様にして鮮明なフルカラー画像を得る上で、多くの場合用いられる二成分系の現像方式の場合において現像剤は、キャリアとの摩擦によってトナーを所要の帯電量及び帯電極性に帯電せしめ、静電引力を利用して静電像を現像するものであり、従って良好な可視画像を得るためには、主としてキャリアとの関係によって定まるトナーの摩擦帯電性が良好であることが必要である。

【0014】今日上記の様な問題に対してはキャリアコア剤、キャリアコート剤の探索やコート量の最適化、或いはトナーに加える電荷制御剤、流動性付与剤の検討さらには母体となるバインダーの改良などいずれも現像剤を構成するあらゆる材料において優れた摩擦帯電性を達成すべく多くの研究がなされている。

【0015】例えば帯電性微粒子の如き帯電補助剤をトナーに添加する技術として、特公昭52-32256号公報、特開昭56-64352号公報には、トナーと逆極性の樹脂微粉末を、また特開昭61-160760号公報にはフッ素含有化合物をそれぞれ現像剤に添加し、安定した摩擦帯電性を得るという技術が提案されており今日でも多くの帯電補助剤の開発が行なわれている。

【0016】さらに上記の如き帯電補助剤を添加する手法としては色々工夫されている。例えばトナー粒子と帯電補助剤との静電力或いは、ファンデルワールス力等に

よりトナー粒子表面に付着せしめる手法等が一般的であり、攪拌、混合機等が用いられる。しかしながら該手法においては均一に添加剤をトナー粒子表面に分散させることは容易ではなく、またトナー粒子に未付着で添加剤同志が凝集物となって、いわゆる遊離状態となった添加剤の存在を避けることは困難である。この傾向は、帯電補助剤の比電気抵抗が大きい程、粒径が細かい程顕著となり、現像剤としての性能に影響が出て来る。例えば、トナーの摩擦帯電量が不安定となり画像濃度が一定せず、カブリの多い画像となったり、連続コピー等を行うと帯電補助剤の含有量に変化し初期時の画像品質を保持することが出来ない、などの欠点を有していた。

【0017】他の添加手法としては、トナーの製造時に結着樹脂や着色剤と共に、あらかじめ帯電補助剤を添加する手法がある。しかしながら、荷電制御剤の均一化が容易でないこと、また実質的に帯電性に寄与するのは、トナー粒子表面近傍のものであり、また粒子内部に存在する帯電補助剤や荷電制御剤は帯電性に寄与しないため、帯電補助剤の添加量や表面への分散量等のコントロールが容易ではない。またこの様な手法で得られたトナーにおいてもトナーの摩擦帯電量が不安定であり前述の如く現像剤特性を満足するものを容易に得ることは出来ないなど帯電補助剤を使用するだけでは品質を十分満足するものが得られていないのが実情である。

【0018】さらに近年、複写機の高精細、高画質化の要求が市場では高まっており、当該技術分野では、トナーの粒径を細かくして高画質カラー化を達成しようという試みがなされているが、粒径が細くなると単位重量当りの表面積が増え、トナーの帯電電量が大きくなる傾向にあり、画像濃度薄や、耐久劣化が懸念されるところである。加えてトナーの帯電電量が大きいために、トナー同士の付着力が強く、流動性が低下し、トナー補給の安定性や補給トナーへのトリボ付与に問題が生じてくる。

【0019】また、黒色トナーと異なりカラートナーの場合は、磁性体や、カーボンブラック等の導電性物質を含まないので、帯電をリークする部分がなく一般に帯電電量が大きくなる傾向にある。この傾向は、特に帯電性能の高いポリエステル系バインダーを使用したときにより顕著である。

【0020】また、特にカラートナーにおいては、下記に示すような特性が強く望まれている。

(1) 定着したトナーは、光に対して乱反射して、色再現を妨げることのないように、トナー粒子の形が判別出来ないほどのほぼ完全溶解に近い状態となる必要がある。

(2) そのトナー層の下にある異なった色調のトナー層を妨げない透明性を有する着色トナーでなければならない。

(3) 構成する各トナーはバランスのとれた色相及び分

光反射特性と十分な彩度を有しなければならない。

【0021】このような観点から多くの結着樹脂に関する検討がなされているが未だ上記の特性を全て満足するトナーは開発されていない。今日当該技術分野においてはポリエステル系の樹脂がカラー用結着樹脂として多く用いられているが、ポリエステル系樹脂からなるトナーは一般に温湿度の影響を受け易く、低湿下での帯電電量過大、高湿下での帯電電量不足といった問題が起こり、広範な環境においても安定した帯電電量を有するカラートナーの開発が急務とされている。

【0022】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、上述の如き問題点を解決した静電荷現像用カラートナーを提供することにある。

【0023】即ち本研究の目的は温湿度等の環境に左右されにくく、つねに安定した摩擦帯電性を有する静電荷現像用カラートナーを提供することにある。

【0024】本研究のさらなる目的は、カブリのない鮮明な画像特性を有し、且つ耐久安定性に優れた静電荷現像用カラートナーを提供することにある。

【0025】

【課題を解決するための手段及び作用】本発明の特徴とするところは、少なくとも着色剤含有樹脂粒子と外添剤からなるカラートナーにおいて、特定の表面処理を施したチタン微粒子を使用することにある。

【0026】本発明者らは、静電荷現像用カラートナーの帯電安定性について鋭意検討した結果、特に水系中において脂肪酸化合物を加水分解しながら表面処理を行ったチタン微粒子をトナー中に含有させることにより、帯電の安定化を促すと共に流動性の付与の点等においても極めて有効であることを見出したのである。

【0027】これらは、一般に知られている流動性向上剤としての疎水性シリカのみでは達成出来なかったものである。

【0028】その理由としては結着樹脂に用いられるポリエステル系樹脂からなるトナーが一般に温湿度の影響を受け易く、低湿下での帯電電量過大、高湿下での帯電電量不足といった背景の上で、シリカ微粒子がそれ自身強いネガ帯電性を示すものであるのに対し、チタン微粒子はほぼ中性の帯電性であることに起因する。

【0029】従来より特開昭60-136755号等で疎水性チタンを添加することが提案されているが、チタン微粒子は、本来表面活性がシリカ等に比べ小さく、疎水化は必ずしも十分に行われていなかった。また処理剤等を多量に使用したり、高粘性の処理剤等を使用した場合、疎水化度は確かに上がるものの、粒子同士の合一等が生じ、流動性付与能が低下する等の弊害を生じ、帯電の安定化と流動性付与の両立は必ずしも達成されていなかった。そのため、上記例では、シリカとの併用が提案されている。

【0030】しかるに本発明は、水系中でチタン微粒子を機械的に一次粒径となる様分散しながら表面処理するため、気相中で処理するより粒子同士の合が生じにくく、また処理による粒子間の帯電反発作用が働き、チタン微粒子は、ほぼ一次粒子の状態で表面処理され流動性付与能が十分に得られることがわかった。

【0031】この様なことから本発明においてチタン微粒子は、流動性付与の点からその粒径は0.01~0.2 μ m、好ましくは0.01~0.1 μ m、疎水化度は高湿下での放置安定性、低湿下でのチャージアップ防止の点から20~80%、好ましくは30~70%が良い。

【0032】粒径が0.2 μ mより大きいと流動性不良によるトナー帯電が不均一となり、結果として、トナー飛散、カブリ等が生じてしまう。また0.01 μ mより小さいとトナー表面に埋め込まれやすくなり、トナー劣化が早く生じてしまい耐久性が逆に低下してしまう。この傾向は本発明に用いられる様なシャープメルト性のカラートナーにおいてより顕著である。

【0033】また、疎水化度は20%より小さいと高湿下での長期放置による帯電低下が大きく、ハード側での帯電促進の機構が必要となり、装置の複雑化となり、また疎水化度が80%を超えるとチタン微粒子自身の帯電コントロールが難しくなり、結果として、低湿下でトナーのチャージアップ現象を生ずる。

【0034】従来よりチタン微粒子を用いる場合、その中性な帯電特性によって帯電の安定化を図って来たが、先に述べた様に、環境間においては、諸条件により、帯電コントロールが難しい場合がありうるが、表面処理等を施したチタン微粒子においてもこの様なことが起こりうるのは、潜在的に結着樹脂の持つ、高湿下での帯電低下や、低湿下でのチャージアップ要因を中和しきれていないことによるものと思われる。

【0035】この様なことから、本発明においては、脂肪酸化合物を水系中で加水分解しながらチタン微粒子表面を処理することを特徴とする。

【0036】なぜならば、ここでの脂肪酸化合物は、それ自体ポジ帯電性が強く、低湿下でのチャージアップ分を大幅に中和させるだけでなく、従来、チタン微粒子を用いた場合、流動性付与能と帯電安定は同時に満足しうるレベルに至らず、チタン微粒子の他にさらに中和作用を生ずる樹脂粒子等を含有させていたが、本発明に係る表面処理を行えば、チタン微粒子のみを含有させることにより、流動性付与と同時に帯電安定性を同時に満足することが可能となる。

【0037】本発明においては、上記の様な性能を確実に発揮し、安定な帯電特性を有するために、脂肪酸化合物で処理されたチタン微粒子は、トナーに対して0.5~1.0重量%含有させることが好ましい。

【0038】また、本発明に用いられる脂肪酸化合物としては、ステアリン酸化合物、オレイン酸化合物、パル

ミチン酸化合物、ラウリン酸化合物、モンタン酸化合物等が挙げられる。

【0039】本発明に係るトナーには、さらに荷電特性を安定化するために荷電制御剤を配合しても良い。その際トナーの色調に影響を与えない無色又は淡色の荷電制御剤が好ましい。その際の負荷電制御剤としては例えばアルキル置換サリチル酸の金属錯体（例えばジ-tert-ブチルサリチル酸のクロム錯体又は亜鉛錯体）の如き有機金属錯体が挙げられる。負荷電制御剤をトナーに配合する場合には結着樹脂100重量部に対して0.1~10重量部、好ましくは0.5~8重量部添加するのが良い。

【0040】本発明に係るトナーとキャリアを混合して二成分現像剤を調製する場合、その混合比率は現像剤中のトナー濃度として、2~10重量%、好ましくは3~9重量%にすると通常良好な結果が得られる。トナー濃度が2重量%以下では画像濃度が低く実用不可となり、10重量%を超えるとカブリや機内飛散を増加せしめ、現像剤の耐用寿命を短める。

【0041】本発明に使用される着色剤としては、公知の染料、例えばフタロシアニンブルー、インダスレンブルー、ピーコックブルー、パーマネントレッド、レーキレッド、ローダミンレーキ、ハンザイエロー、パーマネントイエロー、ベンジンイエロー等広く使用することができる。その含有量としては、OHPフィルムの透過性に対し敏感に反映するよう結着樹脂100重量部に対して12重量部以下であり、好ましくは0.5~9重量部である。

【0042】本発明のトナーには必要に応じてトナーの特性を損ねない範囲で添加剤を混合しても良いが、そのような添加剤としては、例えばテフロン、ステアリン酸亜鉛、ポリフッ化ビニリデンの如き滑剤、或いは定着助剤（例えば低分子量ポリエチレン、低分子量ポリプロピレンなど）等がある。

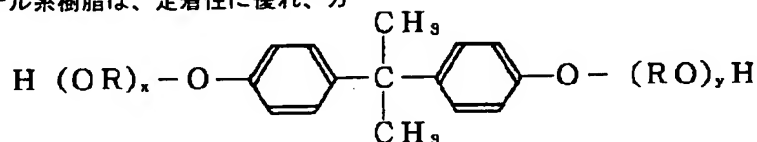
【0043】本発明のトナーの製造にあたっては、熱ロール、ニーダー、エクストルーダー等の熱混練機によって構成材料を良く混練した後、機械的な粉碎、分級によって得る方法、或いは結着樹脂溶液中に着色剤等の材料を分散した後、噴霧乾燥することにより得る方法、又は、結着樹脂を構成すべき単量体に所定材料を混合した後、この乳化懸濁液を重合させることによりトナーを得る重合トナー製造法等それぞれの方法が応用できる。

【0044】本発明のトナーに使用する結着物質としては、従来電子写真用トナー結着樹脂として知られる各種の材料樹脂が用いられる。

【0045】例えば、ポリスチレン、スチレン・ブタジエン共重合体、スチレン・アクリル共重合体等のスチレン系共重合体、ポリエチレン、エチレン・酢酸ビニル共重合体、エチレン・ビニルアルコール共重合体のようなエチレン系共重合体、フェノール系樹脂、エポキシ系樹

脂、アクリルフタレート樹脂、ポリアミド樹脂、ポリエステル樹脂、マレイン酸系樹脂等である。また、いずれの樹脂もその製造方法等は特に制約されるものではない。

【0046】これらの樹脂の中で、特に負帯電能の高いポリエステル系樹脂を用いた場合本発明の効果は絶大である。即ち、ポリエステル系樹脂は、定着性に優れ、カ



(式中Rはエチレン又はプロピレン基であり、x、yはそれぞれ1以上の整数であり、且つx+yの平均値は2~10である。)で代表されるビスフェノール誘導体もしくは置換体をジオール成分とし、2価以上のカルボン酸又はその酸無水物又はその低級アルキルエステルとからなるカルボン酸成分(例えばフマル酸、マレイン酸、無水マレイン酸、フタル酸、テレフタル酸、トリメリット酸、ピロメリット酸など)とを共縮重合したポリエステル樹脂がシャープな溶融特性を有するのでより好ましい。

【0049】本発明のトナーを2成分現像剤に使用する場合、キャリア表面への被覆樹脂としては電気絶縁性樹脂を用いるが、トナー材料、キャリア芯材材料により適宜選択される。この場合、キャリア芯材表面との接着性を向上するために、少なくともアクリル酸(又はそのエステル)単量体及びメタクリル酸(又はそのエステル)単量体から選ばれる少なくとも一種の単量体を含有することが必要である。特にトナー材料として、負帯電能の高いポリエステル樹脂粒子を用いた場合帯電を安定する目的でさらにスチレン系単量体との共重合体とすることが好ましく、スチレン系単量体の共重合重量比を5~70重量%とすることが好ましい。

【0050】また、使用できるキャリア芯材の被覆樹脂用モノマーとしては、スチレン系モノマーとしては、例えばスチレンモノマー、クロロスチレンモノマー、 α -メチルスチレンモノマー、スチレン-クロロスチレンモノマーなどがあり、アクリル系モノマーとしては、例えばアクリル酸エステルモノマー(アクリル酸メチルモノマー、アクリル酸エチルモノマー、アクリル酸ブチルモノマー、アクリル酸オクチルモノマー、アクリル酸フェニルモノマー、アクリル酸2エチルヘキシルモノマー)などがあり、メタクリル酸エステルモノマー(メタクリル酸メチルモノマー、メタクリル酸エチルモノマー、メタクリル酸ブチルモノマー、メタクリル酸フェニルモノマー)などがある。

【0051】本発明に使用されるキャリア芯材(磁性粒子)としては、例えば表面酸化又は未酸化の鉄、ニッケル、銅、亜鉛、コバルト、マンガン、クロム、希土類等

ラートナーに適している反面、負帯電能が強く帯電が過大になりやすいが、本発明の構成にポリエステル樹脂を用いると弊害は改善され、優れたトナーが得られる。

【0047】特に、次式

【0048】

【化1】

の金属及びそれらの合金又は酸化物などが使用できる。また、その製造方法として特別な制約はない。好ましくは金属組成比が5~20:5~20:30~80(重量比)のフェライトキャリアを98重量%以上含有するものである。

【0052】以下に本発明の測定法について述べる。

(1) 摩擦帯電量測定

測定法を図面を用いて詳述する。

【0053】図1はトナーのトリボ電荷量を測定する装置の説明図である。先ず、底に500メッシュのスクリーン3のある金属製の測定容器2に摩擦帯電量を測定しようとするトナーとキャリアの重量比1:19の混合物、また外添剤の場合には、1:99の混合物を50~100ml容量のポリエチレン製のビンに入れ、約10~40秒間手で振盪し、該混合物(現像剤)約0.5~1.5gを入れ金属製のフタ4をする。この時の測定容器2全体の重量を秤りW₁(g)とする。次に、吸引機1(測定容器2と接する部分は少なくとも絶縁体)において、吸引口7から吸引し風量調節弁6を調整して真空計5の圧力を250mmHgとする。この状態で充分、好ましくは2分間吸引を行いトナーを吸引除去する。この時の電位計9の電位をV(ボルト)とする。ここで8はコンデンサーであり容量をC(μ F)とする。又、吸引後の測定容器全体の重量を秤りW₂(g)とする。このトナーの摩擦帯電量(μ c/g)は下式の如く計算される。

【0054】トナーの摩擦帯電量(μ c/g) = $C \times V / (W_1 - W_2)$

(但し、測定条件は23℃、60%RHとする。)また測定に用いるキャリアは250メッシュパス、350メッシュオンのキャリア粒子が70~90重量%有する本発明のコートフェライトキャリアを使用する。

(2) トナーの粒度分布の測定方法

トナーの粒度分布は種々の方法によって測定できるが、本発明においてはコールターカウンターを用いて行った。

【0055】即ち、測定装置としてはコールターカウンターT A-1 I型(コールター社製)を用い、個数分

布、体積分布を出力するインターフェイス（日科機製）及びCX-1パーソナルコンピュータ（キヤノン製）を接続し、電解液は1級塩化ナトリウムを用いて1%NaCl水溶液を調製する。測定法としては前記電解水溶液100~150ml中に分散剤として界面活性剤、好ましくはアルキルベンゼンスルホン酸塩を0.1~5ml加え、さらに測定試料を2~20mg加える。試料を懸濁した電解液は超音波分散器で約1~3分間分散処理を行い、前記コールターカウンターTA-11型により、アパチャーとして100 μ mアパチャーを用いて、個数を基準として2~40 μ mの粒子の粒度分布を測定して、それから本発明に係るところの値を求めた。

(3) チタン微粒子の粒度測定方法

装置

測定装置としてコールターカウンターN4型及び分散用超音波発生機として（株）トミー精工UD-200型を使用する。

方法

微量の界面活性剤を加えた蒸留水30~50ml中に適量の試料を投入し、上記超音波発生機を用いて出力2~6で2~5分間程度分散させる。試料の分散した懸濁液をセルに移し、気泡が抜けるのを待って、あらかじめ測定温度を50℃に設定しておいた上記コールターカウンターにセットする。試料を定温にするため10~20分経過した後測定を開始し、体積平均粒度分布を求める。

(4) 疎水化度測定

メタノール滴定試験は、疎水化された表面を有するチタン微粉体の疎水化度を確かめる実験的試験である。

【0056】処理されたチタン微粉体の疎水化度を評価するために本明細書において規定される“メタノール滴定試験”は次の如く行う。供試チタン微粉体0.2gを容量250mlの三角フラスコ中の水50mlに添加する。メタノールをビューレットからチタンの全量が湿潤されるまで滴定する。この際フラスコ内の溶液はマグネチックスターラーで常時攪拌する。その終点はチタン微粉体の全量が液体中に懸濁されることによって観察され、疎水化度は終点に達した際のメタノール及び水の液状混合物中のメタノールの百分率として表わされる。

【0057】

【実施例】以下に本発明の実施例を挙げる。実施例中の「部」、「%」は全て重量部、重量%を示す。

【0058】チタン微粒子の合成例

合成例-1

親水性チタン微粒子を用い水系中で攪拌混合しながら、

プロポキシ化ビスフェノールとフマル酸を縮合	100部
して得られたポリエステル樹脂	
フタロシアニン顔料	4部
ジ-tert-ブチルサリチル酸のクロム錯体	2部

上記化合物をヘンシェルミキサーにより十分予備混合を行い、2軸押出機で熔融混練し、冷却後ハンマーミルを

処理剤としてステアリン酸ナトリウムをチタン微粒子の20%となる様に添加、混合し、乾燥、解砕して疎水化度50%のチタン微粒子を得た。

【0059】

粒径 0.05 μ m, BET 95m²/g
帯電量 +21 μ c/g

合成例-2

親水性チタン微粒子を用いステアリン酸アルミニウム20%で処理する以外は同様にして疎水化度60%のチタン微粒子を得た。

【0060】

粒径 0.05 μ m, BET 80m²/g
帯電量 +32 μ c/g

合成例-3

親水性チタン微粒子を用いラウリン酸亜鉛10%で処理する以外は同様にして疎水化度40%のチタン微粒子を得た。

【0061】

粒径 0.15 μ m, BET 90m²/g
帯電量 +11 μ c/g

合成例-4

親水性チタン微粒子を用いオレイン酸アルミニウム20%で処理する以外は同様にして疎水化度60%のチタン微粒子を得た。

【0062】

粒径 0.10 μ m, BET 85m²/g
帯電量 +13 μ c/g

合成例-5

親水性チタン微粒子を用いイソプロピルアルコール30%で処理する以外は同様にして疎水化度90%のチタン微粒子を得た。

【0063】

粒径 0.05 μ m, BET 90m²/g
帯電量 -5.7 μ c/g

合成例-6

合成例-1において粒径の大きい親水性チタン微粒子を使用する以外は同様にして疎水化度50%のチタン微粒子を得た。

【0064】

粒径 0.34 μ m, BET 23m²/g
帯電量 -4.4 μ c/g

実施例1

トナーの製造例

用いて約1~2mm程度に粗粉碎し、次いでエアージェット方式による微粉碎機で微粉碎した。さらに得られた

微粉碎物を分級して本発明の粒度分布となるように2～10 μ mを選択し着色剤含有樹脂粒子を得た。

【0065】上記着色剤含有樹脂粒子100部に合成例1のチタン微粒子を1.0部添加してシアントナーとした。

【0066】このシアントナー5部に対してメチルメタクリレート75%、ブチルアクリレート25%からなる共重合体を重量平均粒径45 μ m、35 μ m以下4.2%、35～40 μ m9.5%、34 μ m以上0.2%の粒度分布を有するCu-Zn-Fe系フェライトキャリアに0.5%コーティングしたキャリアを総量100部になるように混合し、現像剤とした。

【0067】この現像剤を用いて、市販の普通紙カラー複写機（カラーレーザーコピー500キヤノン製）にて

現像コントラストを300Vに設定し、23℃/65%下で画出したところ、得られた画像は1.51と高く、カブリもない鮮明なものであった。以後、さらに10,000枚のコピーを行ったが、その間の濃度変動は0.12と小さく、カブリ、鮮明さも初期と同等のものが得られた。

【0068】また20℃/10%下、30℃/80%下での画出し結果をまとめて表1に示す。

【0069】実施例2～4、比較例1～3着色剤含有樹脂粒子に外添剤を変えて外添して実施例1同様に画出した結果を表1に示す。

【0070】

【表1】

	合成例	画像濃度			放置特性	耐久特性
		20℃/10%	23℃/65%	30℃/80%		
実施例1	1	1.48～1.53	1.55～1.61	1.51～1.53	◎	◎
2	2	1.45～1.55	1.51～1.54	1.48～1.62	◎	◎
3	3	1.47～1.50	1.43～1.52	1.52～1.57	○	◎
4	4	1.39～1.48	1.48～1.60	1.50～1.59	○	◎
比較例1	5	—	1.53～1.70	—	◎	△×
2	6	—	1.44～1.47	—	○	×
3	未処理品	—	1.24～1.46	—	×	△×

【0071】

【発明の効果】以上のように本発明のトナーを用いると、種々の環境において長期にわたって安定した画像濃度、高画質の画像を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】トナーのトリボ電荷量を測定する装置の説明図である。

【符号の説明】

1 吸引機

2 測定容器

3 導電性スクリーン

4 フタ

5 真空計

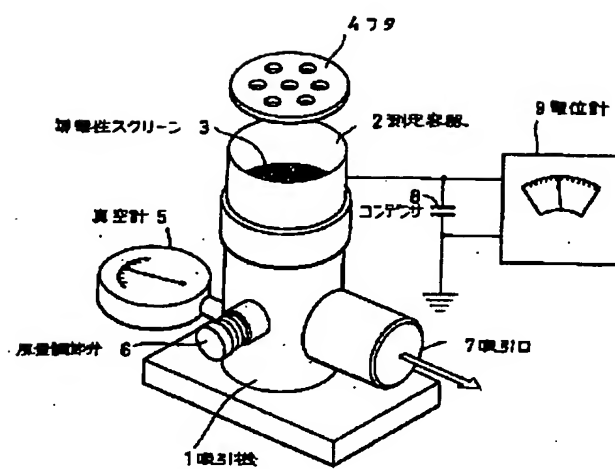
6 風量調節弁

7 吸引口

8 コンデンサー

9 電位計

【図1】



TONER

Patent Number: JP5066607
Publication date: 1993-03-19
Inventor(s): FUJITA RYOICHI; others: 01
Applicant(s): CANON INC
Requested Patent: ☐ JP5066607
Application Number: JP19910257197 19910910
Priority Number(s):
IPC Classification: G03G9/08
EC Classification:
Equivalents: JP3168347B2

Abstract

PURPOSE:To obtain a stable picture image density and picture having a high quality for long period by allowing to contain specified titanium fine particulates.

CONSTITUTION:In a color toner consisting at least resin particles with colorant and addition agent, a degree of conversion to hydrophobicity is to be 20-80 %, particle diameter is to be 0.01-0.2µm and is to contain titanium fine particulate treated at the surface in hydrolysing an oxidized fat. Also when a titanium particulate are electrostatically charged by friction with iron powder, it is preferable to be charged in reversed polarity to the toner. As the titanium particulates are thus treated at the surface in dispersing in an aqueous system so as to mechanically make primary particulate diameter, it hardly generate combining between particulates than in gaseous phase and repulsive function in charging by the treatment act on, and the titanium fine particulates are treated at the surface at the state of the primary particulates and flowability granting ability can be enough obtained.

Data supplied from the esp@cenet database - I2